

学校编码: 10384

密级\_\_\_\_\_

学号: 22620071152364

厦 门 大 学

硕 士 学 位 论 文

基于整体材料固相萃取搅拌棒的制备及其  
对极性有机污染物吸附性能研究

Study on the Preparation of Stir Bar for Sorptive Extraction  
Based on Monolithic Materials and Enrichment  
Performance for Polar Compounds

邱 宁 宁

指导教师姓名: 黄晓佳 副教授

专 业 名 称: 环 境 科 学

论文提交日期: 2010 年 6 月

论文答辩时间: 2010 年 6 月

2010 年 6 月

## 厦门大学学位论文原创性声明

本人呈交的学位论文是本人在导师指导下,独立完成的研究成果。本人在论文写作中参考其他个人或集体已经发表的研究成果,均在文中以适当方式明确标明,并符合法律规范和《厦门大学研究生学术活动规范(试行)》。

另外,该学位论文为( )课题(组)的研究成果,获得( )课题(组)经费或实验室的资助,在( )实验室完成。(请在以上括号内填写课题或课题组负责人或实验室名称,未有此项声明内容的,可以不作特别声明。)

声明人(签名):  
年 月 日

## 厦门大学学位论文著作权使用声明

本人同意厦门大学根据《中华人民共和国学位条例暂行实施办法》等规定保留和使用此学位论文，并向主管部门或其指定机构送交学位论文（包括纸质版和电子版），允许学位论文进入厦门大学图书馆及其数据库被查阅、借阅。本人同意厦门大学将学位论文加入全国博士、硕士学位论文共建单位数据库进行检索，将学位论文的标题和摘要汇编出版，采用影印、缩印或者其他方式合理复制学位论文。

本学位论文属于：

（        ） 1. 经厦门大学保密委员会审查核定的保密学位论文，  
于    年    月    日解密，解密后适用上述授权。

（        ） 2. 不保密，适用上述授权。

（请在以上相应括号内打“√”或填上相应内容。保密学位论文应是已经厦门大学保密委员会审定过的学位论文，未经厦门大学保密委员会审定的学位论文均为公开学位论文。此声明栏不填写的，默认为公开学位论文，均适用上述授权。）

声明人（签名）：

年    月    日

## 目 录

摘要.....	I
Abstract.....	III
常用缩略语表 .....	V
第 1 章 绪论 .....	1
1.1 SBSE 简介 .....	2
1.2 SBSE 原理 .....	2
1.3 SBSE 的萃取和解吸方法 .....	4
1.3.1 SBSE 的萃取方法 .....	4
1.3.2 SBSE 的解吸方法 .....	5
1.4 SBSE 的应用 .....	5
1.4.1 环境分析 .....	5
1.4.2 生物分析 .....	6
1.4.3 食品分析 .....	6
1.5 SBSE 的萃取涂层 .....	7
1.5.1 SBSE 商品化涂层材料-PDMS.....	7
1.5.2 SBSE 新型涂层材料 .....	7
1.6 整体材料概述 .....	9
1.7 本文的研究背景 .....	9
1.8 研究目的和研究内容 .....	10
参考文献 .....	11
第 2 章 以聚(4-乙烯基吡啶-乙二醇二甲基丙烯酸酯)为涂层的搅拌棒 的制备及其萃取性能研究.....	18
2.1 引言 .....	18
2.2 实验部分 .....	19
2.2.1 仪器和试剂 .....	19

2.2.2 搅拌磁子的加工和预处理 .....	20
2.2.3 VPED-SBSE 制备 .....	20
2.2.4 加标水样的配制.....	21
2.2.5 色谱分离条件.....	21
2.2.6 萃取和解吸方法.....	22
<b>2.3 结果与讨论.....</b>	<b>22</b>
2.3.1 搅拌棒制备条件的优化及表征.....	22
2.3.2 搅拌棒的应用条件优化 .....	24
2.3.3 方法验证 .....	27
2.3.4 实际水样的测定.....	29
2.3.5 和其他搅拌棒的对比实验 .....	29
<b>2.4 本章小结.....</b>	<b>31</b>
<b>参考文献 .....</b>	<b>31</b>
<b>第 3 章 以聚(N-乙烯基吡咯烷酮-二乙烯基苯)为涂层的搅拌棒的制备 及其对酚类化合物萃取性能研究.....</b>	<b>34</b>
<b>3.1 引言 .....</b>	<b>34</b>
<b>3.2 实验部分.....</b>	<b>34</b>
3.2.1 仪器和试剂 .....	34
3.2.2 VPDV-SBSE 的制备.....	35
3.2.3 加标水样的配制.....	35
3.2.4 色谱分离条件.....	36
3.2.5 萃取和解吸方法.....	36
3.2.6 VPDV 相和水相间分配系数的计算 .....	36
<b>3.3 结果与讨论.....</b>	<b>36</b>
3.3.1 搅拌棒制备条件的优化 .....	36
3.3.2 搅拌棒涂层材料的表征 .....	37
3.3.3 对苯酚类化合物萃取条件的优化.....	39
3.3.4 和其他搅拌棒的对比实验 .....	42
3.3.5 方法验证 .....	44

3.3.6 实际水样的测定.....	44
3.4 本章小结.....	44
参考文献 .....	47
<b>第 4 章 以聚(N-乙烯基咪唑-二乙烯基苯)为涂层的搅拌棒的制备及其 应用研究 .....</b>	<b>49</b>
4.1 引言 .....	49
4.2 实验部分.....	50
4.2.1 仪器和试剂 .....	50
4.2.2 VIDV-SBSE 的制备 .....	50
4.2.3 加标溶液的配制.....	51
4.2.4 色谱分离条件.....	51
4.2.5 萃取和解吸方法.....	52
4.3 结果与讨论.....	52
4.3.1 搅拌棒制备条件的优化 .....	52
4.3.2 搅拌棒涂层材料的表征 .....	52
4.3.3 VIDV-SBSE 在苯胺类化合物测定中的应用研究 .....	54
4.3.4 VIDV-SBSE 测定牛奶中磺胺类化合物.....	63
4.4 本章小结.....	67
参考文献 .....	71
<b>第 5 章 结语与展望 .....</b>	<b>74</b>
攻读硕士学位期间已发表的论文与申请的专利 .....	76
致谢.....	77

## Table of contents

<b>Abstract (In Chinese).....</b>	<b>I</b>
<b>Abstract (In English) .....</b>	<b>III</b>
<b>Abbreviation.....</b>	<b>V</b>
<b>Chapter 1 Preface .....</b>	<b>1</b>
<b>1.1 Introduction about SBSE.....</b>	<b>2</b>
<b>1.2 Theory of SBSE.....</b>	<b>2</b>
<b>1.3 Extraction and desorption modes of SBSE .....</b>	<b>4</b>
1.3.1 Extraction modes.....	4
1.3.2 Desorption modes .....	5
<b>1.4 Applications of SBSE .....</b>	<b>5</b>
1.4.1 Enviromental analysis .....	5
1.4.2 Biological analysis .....	6
1.4.3 Food analysis .....	6
<b>1.5 Coatings of SBSE .....</b>	<b>7</b>
1.5.1 Commercial coating of SBSE: PDMS .....	7
1.5.2 Novel coatings of SBSE .....	7
<b>1.6 Overview of monolithic material.....</b>	<b>9</b>
<b>1.7 Background of this research.....</b>	<b>9</b>
<b>1.8 Obejectives and contents of this research .....</b>	<b>10</b>
<b>Cited references of Chapter 1.....</b>	<b>11</b>
<b>Chapter 2 Preparation of a stir bar for sorptive extraction based on poly (vinylpyridine-ethylene dimethacrylate) monolithic material and research about extraction performance .....</b>	<b>18</b>
<b>2.1 Introduction .....</b>	<b>18</b>
<b>2.2 Experimentation .....</b>	<b>19</b>

2.2.1 Instruments and reagents .....	19
2.2.2 Pretreatment of magnetic bars .....	20
2.2.3 Preparation of VPED-SBSE .....	20
2.2.4 Preparation of aqueous standards.....	21
2.2.5 Chromatographic conditions.....	21
2.2.6 Extraction and desorption mode .....	22
<b>2.3 Results and discussions.....</b>	<b>22</b>
2.3.1 Optimization of preparation conditions and characterization.....	22
2.3.2 Optimization of VPED-SBSE operating conditions .....	24
2.3.3 Validation of the method.....	27
2.3.4 Analysis of environmental water samples .....	29
2.3.5 Comparison of extraction performance with other SBSE .....	29
<b>2.4 Summary of Chapter 2 .....</b>	<b>31</b>
<b>Cited references of Chapter 2.....</b>	<b>31</b>
<b>Chapter 3 Preparation of a stir bar for sorptive extraction based on poly (vinylpyrrolidone-divinylbenzene) monolithic material and study on detection of phenols in water samples .....</b>	<b>34</b>
<b>3.1 Introduction .....</b>	<b>34</b>
<b>3.2 Experimentation .....</b>	<b>34</b>
3.2.1 Instruments and reagents .....	34
3.2.2 Preparation of VPDV-SBSE .....	35
3.2.3 Preparation of aqueous standards.....	35
3.2.4 Chromatographic conditions.....	36
3.2.5 Extraction and desorption mode .....	36
3.2.6 Calculation of $\text{Log } K_{VPDV/W}$ .....	36
<b>3.3 Results and discussions.....</b>	<b>36</b>
3.3.1 Optimization of preparation conditions.....	36
3.3.2 Characterization of material .....	37
3.3.3 Optimization of VPDV-SBSE application conditions.....	39



3.3.4 Comparison of extraction performance with other SBSE .....	42
3.3.5 Validation of the method.....	44
3.3.6 Analysis of environmental water samples .....	44
<b>3.4 Summary of Chapter 3 .....</b>	<b>44</b>
<b>Cited references of Chapter 3.....</b>	<b>47</b>
<b>Chapter 4 Study on preparation of a stir bar for sorptive extraction based on poly (vinylimidazole-divinylbenzene) monolithic material and its applications .....</b>	<b>49</b>
<b>4.1 Introduction .....</b>	<b>49</b>
<b>4.2 Experimentation .....</b>	<b>50</b>
4.2.1 Instruments and reagents .....	50
4.2.2 Preparation of VIDV-SBSE .....	50
4.2.3 Preparation of aqueous standards.....	51
4.2.4 Chromatographic conditions.....	51
4.2.5 Extraction and desorption mode .....	52
<b>4.3 Results and discussions.....</b>	<b>52</b>
4.3.1 Optimization of preparation conditions.....	52
4.3.2 Characterization of material .....	52
4.3.3 Study about applications of VIDV-SBSE in analysis aromatic amines in environmental water samples .....	54
4.3.4 Determination of sulfonamides in milk by VIDV-SBSE .....	63
<b>4.4 Summary of Chapter 4 .....</b>	<b>67</b>
<b>Cited references of Chapter 4.....</b>	<b>71</b>
<b>Chapter 5 Conclusions and perspectives .....</b>	<b>74</b>
<b>Published articles and applied patents .....</b>	<b>76</b>
<b>Acknowledgements .....</b>	<b>77</b>

## 摘要

搅拌棒吸附萃取 (Stir Bar Sorptive Extraction, SBSE) 是在固相微萃取 (Solid Phase Microextraction, SPME) 技术的基础上发展起来的一种新型样品前处理技术, 具有操作简便、萃取容量大、重现性好和环境友好等优点, 已被广泛用于环境、食品、生物样品中挥发性及半挥发性有机污染物的分析测定。在 SBSE 中, 搅拌棒涂层材料是该技术的核心部分, 直接影响目标化合物的萃取效果。近几年关于新型涂层材料的研究报道不多, 且存在制备过程较为复杂、使用寿命短和对强极性有机污染物萃取效率低等缺点, 这在很大程度上限制了 SBSE 技术的发展和应用。因此, 研制性能稳定、制备过程简单且能直接有效萃取强极性有机污染物的新型涂层材料成为 SBSE 技术进一步发展的研究重点。

整体材料 (Monolithic material) 是一种新型分离介质, 具有制备简单、通透性好、性能稳定、传质速度快等优点, 现已被广泛应用。基于以上特性, 本文将整体材料引入到 SBSE 技术中, 建立了测定水环境中苯酚类、苯胺类以及牛奶中磺胺类化合物的搅拌棒固相萃取-溶剂解吸-高效液相色谱分离-二极管阵列检测器检测 (SBSE-LD-HPLC-DAD) 的分析方法。主要的研究内容和结果包括以下几个方面:

(1) 利用原位聚合反应制备了以聚(4-乙烯基吡啶-乙二醇二甲基丙烯酸酯) 为涂层的搅拌棒 (VPED-SBSE), 并对涂层材料的制备条件以及搅拌棒的吸附萃取条件进行了优化, 建立测定水环境中酚类化合物的 SBSE-LD-HPLC-DAD 分析方法。所建立的方法操作简便、环境友好, 有较高的灵敏度和准确性, 对水环境中 6 种酚类化合物测定的线性范围为 10.0~200.0  $\mu\text{g/L}$ , 检测限在 0.98~2.57  $\mu\text{g/L}$  之间, 定量限在 3.28~8.50  $\mu\text{g/L}$  之间, 能达到我国污水综合排放标准中规定的检测要求 (GB8978-1996)。

(2) 制备了以聚(N-乙烯基吡咯烷酮-二乙烯基苯) 整体材料为涂层的搅拌棒 (VPDV-SBSE), 深入研究了其对水环境中酚类化合物的吸附性能, 对制备条件及应用条件优化后, 建立了简便、灵敏的测定水环境中 8 种极性酚类化合物的 VPDV-SBSE-LD-HPLC-DAD 分析方法。实验结果表明, 该方法对水环境中 8 种酚类化合物测定的线性范围为 5.0~150.0  $\mu\text{g/L}$ , 检测限在 0.72~1.37  $\mu\text{g/L}$  之间,

定量限在 2.40~4.27  $\mu\text{g/L}$  之间，基底加标回收率在 55.2%~95.9%之间，能够满足实际分析工作的要求。

(3) 制备以聚(N-乙基咪唑-二乙烯基苯)整体材料为涂层的搅拌棒(VIDV-SBSE)，对其制备条件及分析测定苯胺类化合物的应用条件进行优化，建立了测定水环境中 5 种极性较强的苯胺类化合物的分析方法。经优化，对 5 种苯胺类化合物的分析测定线性范围为 1.0(3.0)~150.0  $\mu\text{g/L}$  (其中 2,4-DNA 的线性范围为 3.0~150.0  $\mu\text{g/L}$ )，检测限在 0.09~0.28  $\mu\text{g/L}$  之间，定量限在 0.37~1.15  $\mu\text{g/L}$  之间，基底加标回收率在 56.8%~114.3%之间。另外，将该搅拌棒应用于牛奶中磺胺类化合物的分析测定，研究表明，牛奶样品直接经过简单稀释，无需脱脂和去蛋白步骤，即可直接用 VIDV-SBSE 进行有效萃取。在最佳萃取条件下，磺胺类化合物的线性范围为 1.0~150.0  $\mu\text{g/L}$ ，检测限在 1.29~7.90  $\mu\text{g/L}$  之间，定量限在 4.29~26.3  $\mu\text{g/L}$  之间，在对实际样品测定中，加标回收率在 54.8%~126% 之间。

**关键词：** 搅拌棒吸附萃取；整体材料；聚(4-乙基吡啶-乙二醇二甲基丙烯酸酯)；聚(N-乙基吡咯烷酮-二乙烯基苯)；聚(N-乙基咪唑-二乙烯基苯)；高效液相色谱；酚类化合物；苯胺类化合物；磺胺类化合物

## Abstract

Stir bar sorptive extraction (SBSE) is a novel sample preparation technique based on the same principles as those of solid phase microextraction (SPME). Because of simple operation, higher sample capacity, good reproducibility and environmental friendly characteristics, SBSE has been popularly applied to enrich and determine volatile and semi-volatile organic compounds in environmental, food and biological samples et al. In SBSE, the coating layer of extraction phase is vitally important to the extraction performance of the stir bar. Recently, there are few reports about novel coatings, which were difficult to prepare, easy to decompose and they also could not extract strongly polar compounds effectively. In order to solve the bottleneck of the development of SBSE, it is important to develop novel extraction phases that are stable, easy to prepare and have better affinities to polar compounds.

Monolithic material is a novel separation media that has been applied widely, which is easy to prepare and also possess good permeability, stability and favorable mass transfer properties. Because of the advantages of monolithic material, we try to use it as extraction phase for coating layer in SBSE in this research. Several methods combining SBSE and liquid desorption, followed by high performance liquid chromatography with diode array detector (SBSE-LD-HPLC-DAD) for the directly analysis of phenolic compounds, aromatic amines in water and sulfonamides in milk were developed. The main contents and results of this research are as following:

(1) A novel stir bar based on poly (4-vinylpyridine-ethylenedimethacrylate) monolithic material (VPED-SBSE) was prepared by in-situ polymerization. The effects of polymerization parameters on extraction efficiency were investigated; the operating conditions were also optimized in detail. Then, a SBSE-LD-HPLC-DAD method for the directly analysis of traces of phenolic compounds in water was developed. The method is simple to operate, environmental friendly and has high sensitivity and accuracy. The linearity range of the method was 10.0~200.0  $\mu\text{g/L}$ . The ranges of LODs and LOQs were 0.98~2.57  $\mu\text{g/L}$  and 3.28~8.50  $\mu\text{g/L}$ , respectively.

The results can meet the first class standard integrated wastewater discharge standard (GB8978-1996).

(2) Poly (N-vinylpyrrolidone-divinylbenzene) monolithic material by in-situ polymerization was prepared, which was used as coating layer of stir bar (VPDV-SBSE). The extraction performance for phenolic compounds in water was studied deeply. After optimization of the polymerization parameters and operating conditions, a SBSE-LD-HPLC-DAD method for the directly analysis of eight polar phenolic compounds in water was developed. The method was simple and had high sensitivity. The linearity range of the method was 5.0~150.0  $\mu\text{g/L}$ , LODs and LOQs were in the range of 0.98~2.57  $\mu\text{g/L}$  and 3.28~8.50  $\mu\text{g/L}$ , respectively. The recoveries of water sample spiked with eight phenolic compounds varied from 55.2% to 95.9%. The method can satisfy the requirements of practical analysis.

(3) A novel stir bar based on poly (vinylimidazole-divinylbenzene) monolithic material (VIDV-SBSE) was prepared. The effects of polymerization parameters and the operation conditions on extraction efficiency for five aromatic amines were evaluated. Then, a method for determination of five polar aromatic amines in water was established. After optimization, the linearity range of the method was 1.0(3.0)~150.0  $\mu\text{g/L}$  (linearity range of 2,4-DNA was 3.0~150.0  $\mu\text{g/L}$ ). The ranges of LODs and LOQs were 0.09~0.28  $\mu\text{g/L}$  and 0.37~1.15  $\mu\text{g/L}$ , respectively. The range of recoveries of water sample spiked with five aromatic amines was 55.2%~95.9%. Then, the stir bar was also used to detect sulfonamides in milk. The results showed that sulfonamides in milk sample can be extracted effectively after simple dilution without steps to eliminate the fats and proteins. Under the optimum conditions, the linearity range of the method was 1.0~100.0  $\mu\text{g/L}$ . LODs and LOQs were in the range of 1.29~7.90  $\mu\text{g/L}$  and 4.29~26.3  $\mu\text{g/L}$ , respectively. The recoveries varied from 54.8% to 126% for sulfonamides in all milk samples.

**Keywords:** Stir bar sorptive extraction (SBSE); monolithic material; poly (vinylpyridine-ethylenedimethacrylate); poly (vinylpyrrolidone-divinylbenzene); poly (vinylimidazole-divinylbenzene); high performance liquid chromatography; phenolic compounds; aromatic amines; sulfonamides

## 常用缩略语表

## ABBREVIATION

SBSE	Stir Bar Sorptive Extraction	搅拌棒吸附萃取
SPME	Solid Phase Microextraction	固相微萃取
LLE	Liquid-Liquid Extraction	液-液萃取
SPE	Solid Phase Extraction	固相萃取
SFE	Supercritical Fluid Extraction	超临界流体萃取
ME	Membrane Extraction	膜萃取
ASE	Accelerated Solvent Extraction	加速溶剂萃取
MAE	Microwave Assisted Extraction	微波辅助萃取
TD	Thermal-desorption	热解吸
LD	Liquid-desorption	溶剂解吸法
P(VPED)	Poly (4-vinylpyridine-ethylenedimethacrylate)	聚(4-乙烯基吡啶-乙 二醇二甲基丙烯酸酯)
P(VPDV)	Poly (N-vinylpyrrolidone-divinylbenzene)	聚(N-乙烯基吡咯烷酮 -二乙烯基苯)
P(VIDV)	Poly (N-vinylimidazole-divinylbenzene)	聚(N-乙烯基咪唑-二 乙烯基苯)
SBSE-LD- HPLC-DAD	SBSE-LD-high performance liquid chromatography and diode array detector	搅拌棒吸附萃取-溶剂 解吸-高效液相色谱- 二极管阵列检测器

## 第1章 绪论

由于环境样品中的有机污染物具有浓度低、组成复杂、易受环境影响等特点，因此样品前处理技术成为环境样品分析过程中不可或缺的重要步骤。样品前处理技术起着浓缩被测组分和净化试样的作用，还可提高分析方法的灵敏度，对于测定结果的准确性和质量控制起着至关重要的作用。随着仪器水平和分析技术的不断提高，样品前处理技术已成为环境分析化学发展的瓶颈，因此，样品前处理技术是目前环境分析化学研究的难点和热点之一。

传统的样品前处理方法有液-液萃取（Liquid-Liquid Extraction, LLE）<sup>[1]</sup>、固相萃取（Solid Phase Extraction, SPE）<sup>[2]</sup>、超临界流体萃取（Supercritical Fluid Extraction, SFE）<sup>[3-5]</sup>、膜萃取（Membrane Extraction, ME）<sup>[3]</sup>、加速溶剂萃取（Accelerated Solvent Extraction, ASE）<sup>[6, 7]</sup>和微波辅助萃取（Microwave Assisted Extraction, MAE）<sup>[8]</sup>等。以上几种样品前处理技术在被广泛使用的同时也存在一些不足，如 LLE 需要使用大量有机溶剂，易对环境造成二次污染，费时费力，且样品需要量较大，不适用于挥发性有机物的分析；SPE 可实现自动化，但步骤繁琐，一般适用于挥发性较弱的有机化合物，同时也需要一定量的有机溶剂；SFE 以惰性、无毒的二氧化碳作为溶剂，在低温和高压下可对挥发性较小和热不稳定化合物进行富集，但所需设备昂贵，且由于大部分化合物在二氧化碳中溶解度较小而限制了这一技术的应用；ME 主要用于萃取挥发性和半挥发性的非极性有机化合物，但该方法存在膜溶胀的问题，影响膜的使用寿命；ASE 具有萃取时间短、提取液无需过滤、自动化程度高等的优点，但使用成本高；MAE 技术利用微波加热的特性对物质中目标成分进行萃取，该方法有机溶剂使用量少、萃取时间短、回收率高，可实现自动化控制，但不适合于热不稳定物质。以上几种传统的样品前处理方法普遍存在使用有机溶剂量大、操作繁琐和处理时间长等的缺点。固相微萃取（Solid Phase Microextraction, SPME）是在固相萃取的基础上发展起来的一种新型样品前处理技术<sup>[9]</sup>，具有操作简单、样品需要量少、无需萃取溶剂、分析时间短等优点，但现有的 SPME 商品化纤维涂层体积小，从而使得萃取容量低，价格比较昂贵，限制了 SPME 技术的发展和應用。因此，研究无溶剂或少溶剂、简便、低成本和环境友好型样品前处理方法具有重要意义<sup>[10]</sup>。

SBSE 是在 SPME 基础上发展起来的一种集萃取、富集、净化为一体的新型样品前处理技术，样品中的痕量有机物与搅拌棒涂层间通过疏水、偶极-偶极以及氢键等多重作用，而与复杂的样品基质分离。与传统的样品前处理方法相比，SBSE 技术具有操作简便、有机溶剂使用量少、富集倍数高和环境友好等优点，近几年被广泛应用于分析检测环境<sup>[11-21]</sup>、食品<sup>[22-26]</sup>和生物基底中<sup>[27-32]</sup>的痕量有机污染物。

## 1.1 SBSE 简介

SBSE 技术由 Sandra P 等在 1999 年首先提出并由德国 Gerstel 公司商品化<sup>[33]</sup>，SBSE 的制备方法为在内封磁芯玻璃管上涂覆一层聚二甲基硅氧烷（PDMS）或套上一定厚度的 PDMS 硅橡胶管（其结构示意图如图 1.1）。萃取时，搅拌棒在自身完成搅拌的同时对目标物进行吸附，避免了 SPME 中搅拌子对目标物的竞争吸附问题。SBSE 的固定相体积比 Fiber-SPME 和 In-tube SPME 的固定相体积大 50 倍以上，因此萃取容量相应提高，适合分析样品中超痕量组分。

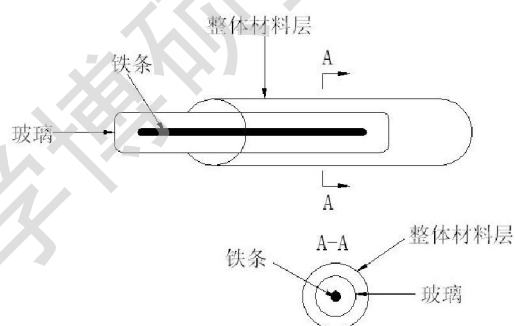


图 1.1 SBSE 搅拌棒的结构示意图

Fig.1.1 Schematic of stir bar for SBSE

## 1.2 SBSE 原理

SBSE 是在 SPME 技术的基础上发展起来的，二者首次被提出均基于同样的涂层材料-PDMS，因此 SBSE 与 SPME 的基本原理和萃取机制类似。SBSE 的萃取原理是基于目标物质在样品和萃取涂层间进行平衡分配的过程<sup>[34]</sup>。在一定条件下达到动态平衡时，待测物在萃取相和水相间的分布由涂层质量和相率（ $\beta=V_w/V_{PDMS}$ ）决定<sup>[35]</sup>。化合物的  $K_{PDMS/W}$  与其  $K_{O/W}$  相近，即：



Degree papers are in the "[Xiamen University Electronic Theses and Dissertations Database](#)". Full texts are available in the following ways:

1. If your library is a CALIS member libraries, please log on <http://etd.calis.edu.cn/> and submit requests online, or consult the interlibrary loan department in your library.
2. For users of non-CALIS member libraries, please mail to [etd@xmu.edu.cn](mailto:etd@xmu.edu.cn) for delivery details.

厦门大学博硕士论文摘要库